

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number 06142439 A

(43) Date of publication of application: 24.05.94

(51) Int. Cl

B01D 53/34

B01D 53/04

H01L 21/02

(21) Application number 04294501

(22) Date of filing: 02.11.92

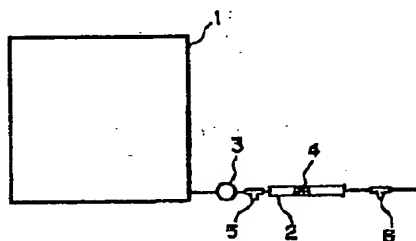
(71) Applicant: JAPAN ATOM ENERGY RES INST  
EBARA CORP(72) Inventor: SUGO TAKANOBU  
FUJIWARA KUNIO  
SEKIGUCHI HIDEAKI  
TAKAI TAKESHI  
KOBAYASHI ATSUSHI(54) METHOD FOR PURIFYING SLIGHTLY  
CONTAMINATED AIR IN CLEAN ROOM

## (57) Abstract:

PURPOSE: To highly purify slightly contaminated air in semiconductor industry, food industry, etc., by passing air in a clean room through a filter part constituted of at least ion exchange fiber and a filter part constituted of glass fiber

CONSTITUTION: Air in a clean room is passed through at least a filter part 2 constituted of at least ion exchange fiber 4 and a filter part constituted of glass fiber. And the ion exchange fiber is the one containing an ion exchange group and a hydrophilic group. Further the ion exchange fiber is the one produced by radiation graft polymerization. As a result, slightly contaminated air is highly purified in a clean room in the semiconductor, precision machine, photography and drug manufacturing industry or hospitals, etc.

COPYRIGHT (C)1994 JPO&amp;Japio



(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-142439

(43)公開日 平成6年(1994)5月24日

| (51)Int. Cl. <sup>4</sup> | 識別記号    | 庁内整理番号 | F I | 技術表示例 |
|---------------------------|---------|--------|-----|-------|
| B 0 1 D 53/34             | Z A B A |        |     |       |
| 53/04                     | Z A B A |        |     |       |
| H 0 1 L 21/02             | D       |        |     |       |

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平4-294501

(22)出願日 平成4年(1992)11月2日

(71)出願人 000004097

日本原子力研究所  
東京都千代田区内幸町2丁目2番2号

(71)出願人 000000239

株式会社佐原製作所  
東京都大田区羽田旭町11番1号

(72)発明者 須郷 高信

群馬県高崎市瑞穂町1233番地 日本原子力  
研究所高崎研究所内

(72)発明者 藤原 邦太

東京都大田区羽田旭町11番1号 株式会社  
佐原製作所内

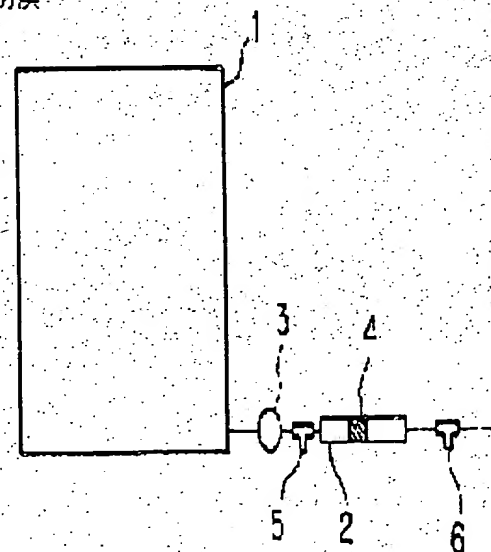
(74)代理人 介理士 湯浅 恭三 (外6名)

最終頁に続く

【要約】の名称】 クリーンルーム内の微量汚染空気の浄化方法

【目的】 半導体工業、精密機械工業、写真工業、医薬品製造工業、又は病院等のクリーンルーム内の微量汚染空気の浄化する方法。

【構成】 少なくともイオン交換繊維より成るフィルタ一部及びガラス繊維部より成るフィルタ一部にクリーンルーム内の空気を通過させて浄化する方法であって、このイオン交換繊維がイオン交換基及び親水基を含有するものであり、且つイオン交換繊維が放射線グラフト重合により製造されるものである。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくともイオン交換繊維より構成されたフィルター部およびガラス繊維より構成されたフィルター部にクリーンルーム内の空気を通過させることを特徴とするクリーンルーム内の微量汚染空気の浄化方法。

【請求項2】 前記イオン交換繊維はイオン交換基および親水基を含有するものである請求項1記載のクリーンルーム内の微量汚染空気の浄化方法。

【請求項3】 前記イオン交換繊維は放射線グラフト重合により製造されたものである請求項1または請求項2記載のクリーンルーム内の微量汚染空気の浄化方法。

【請求項4】 前記放射線グラフト重合に用いる基材が、単繊維、単繊維の集合体である織布および不織布、それらの加工品または空隙材料より選択されたものである請求項1、請求項2または請求項3記載のクリーンルーム内の微量汚染空気の浄化方法。

【請求項5】 前記放射線グラフト重合を利用して製造したイオン交換繊維のイオン交換基がカチオン交換基としてスルホン基、りん酸基およびカルボキシル基、アニオン交換基として4級アンモニウム、3級アミン、2級アミンおよび1級アミンより選択されたものである請求項1、請求項2、請求項3または請求項4に記載のクリーンルーム内の微量汚染空気の浄化方法。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

【産業上の利用分野】 クリーンルームは、半導体工業・精密機械工業・写真工業や、医薬品製造業・病院などのバイオロジカルクリーンルームなどの先端産業分野はもちろんのこと、最近では食品工業・農業分野の他、周辺産業にまで利用分野が拡大している。このような産業分野における環境条件としては、温度、湿度、気流とともに空気清浄化が極めて重要である。

【0002】 これらの産業における空気の浄化は高性能フィルターとしてガラス繊維を構成成分とするHEPA (High Efficiency Particulate Air) フィルターやさらに高効率のULPA (Ultra Low Penetration Air) が使用されている。また、これらのフィルターのプレフィルターとしてガラス繊維以外の合成繊維を構成成分とした中性能・粗塵フィルターも多く使用されている。

【0003】 以上のフィルターは粒子除去を目的としたもので、 $0.1\mu$ 前後の微粒子まで効率良く除去できるよう設計されている。しかし、ガス・イオンなどに対する除去効果は期待できない。

【0004】 現在の製造工場においては、ウエハ表面の汚染は微粒子によるものとガス・イオンによるものの両方が考えられている。特に、後者の汚染は接触抵抗を増大させたり、ウエハ内部の特性に影響を与えるなどの問題をひき起こしている。ガス・イオンの発生源としては、エッチングなどの製造工程、クリーンルーム仕上材、外気導入の際における混入など種々のものがある。

発生したガス・イオンはクリーンルーム内の循環にもかかわらず、空気浄化系で除去されないため、次第に蓄積し、製品の品質のみならず、作業者の健康にも影響を与えるのではないかと懸念されている。

【0005】 従って、クリーンルーム内のガス・イオンなどを除去することは近年特に急務となってきた。

【0006】 本発明はクリーンルーム内の微粒子のみならず微量のガス・イオンなどにより汚染された空気を浄化する方法に関するものである。

##### 【0007】

【従来の技術】 前述のように、クリーンルーム内の微量有害ガスやイオンの除去に対しては、効果的な方法はないのが現状である。フィルター状のものでは、活性炭フィルターやマンガ酸化物を担持した触媒フィルターが知られている。

##### 【0008】

【発明が解決しようとする課題】 活性炭は種々のガスに対してある程度の除去性能を有するが、極性ガスの吸着性能が悪く、特にアンモニアなどの塩基性ガスに対する吸着性能が劣る。また物理吸着であるため、吸着量が増加すると、被吸着物質の再放出が起こりやすい。さらに、粉化しやすいので微粒子の発生源になる恐れもある。

【0009】 マンガン酸化物を担持したものは除去効率が不十分であり、特にクリーンルーム内のように極微量濃度のガス成分の除去に対しては通しているとは言えない。そればかりか逆に微量の有害ガスの発生源になっているとの報告もある。

【0010】 薬液を用いた湿式的气体吸収装置は装置が大掛かりになり、維持管理が面倒であるばかりでなく、元来は高濃度のガス成分の除去に使用される方法であり、微量のガス成分の除去にむいていない。

【0011】 特開昭63-12315にはイオン交換繊維とガラス繊維を混在させたフィルターで酸性ガスやアルカリ性ガスを除去する方法が提案されている。しかし、この方法は家庭や事業所の空気の浄化には適用できるが、半導体産業のクリーンルームなどのように厳しい性能が要求される場所に適用するには十分ではない。これは、イオン交換繊維自体が発塵源となる場合が多く、微粒子除去性能が十分でないこと、また湿度等の影響を受けるため、ガス成分の除去性能が不安定であることによる。

【0012】 特開平3-60710や特開平3-60711にはイオン交換繊維とイオン交換繊維でない繊維とを組み合わせ、主に海塩粒子などイオン成分の除去を行っている。しかし、除去対象がやや異なるとは言え、技術的には先の特開昭63-12315と同様の問題点を有していると考えられる。そこで、本発明はクリーンルーム内の微粒子や微量のガス・イオンなどにより汚染された空気の浄化方法を提供することである。

출력 일자: 2002/10/23

발송번호 : 9-5-2002-037774534

발송일자 : 2002. 10. 22

제출기일 : 2002. 12. 22

수신 : 서울 강남구 논현1동 9-21 지유펜이턴트

하우스(강&강국제특허법률사무소)

강일우 귀하

135-812

## 특허청 의견제출통지서 意見提出通知書

출원인 명칭 다이세이 겐세쓰 가부시키가이샤 외 2 명 (출원인코드: 519980959284)  
주소 일본국 도쿄도 신쥬쿠구 니시신쥬쿠 1초메 25반 1고  
대리인 성명 강일우 외 1 명  
주소 서울 강남구 논현1동 9-21 지유펜이턴트 하우스(강&강국제특허법률사무소)  
출원번호 10-2002-7009607  
발명의 명칭 에어필터

이 출원에 대한 심사결과 아래와 같은 거절이유가 있어 특허법 제63조의 규정에 의하여 이를 통지하오니 의견이 있거나 보정이 필요할 경우에는 상기 제출기일까지 의견서 또는/및 보정서를 제출하여 주시기 바랍니다. (상기 제출기일에 대하여 매회 1월 단위로 연장을 신청할 수 있으며, 이 신청에 대하여 별도의 기간연장승인통지는 하지 않습니다.)

### [이유]

이 출원의 특허청구범위 제1항 내지 제3항 및 제5항에 기재된 발명은 그 출원전에 이 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 아래에 지적한 것에 의하여 용이하게 발명할 수 있는 것이므로 특허법 제29조제2항의 규정에 의하여 특허를 받을 수 없습니다.

이 출원의 특허청구범위 제1항 및 제3항은 에어필터, 제5항은 에어필터가 설치되어 있는 크린룸에 관한 발명이고 이 출원 전에 공개된 일본공개특허공보 평6-142439호(1994.05.24)(이하 '인용발명'이라 합니다.)는 크린룸 내의 미량 오염공기의 정화방법에 관한 것으로서 이들을 대비해보면

- 특허청구범위 제1항 및 제3항은 섬유를 바인더로 결합하고 친수성모노머는 아크릴산, 메타크릴산 등에서 선택되고 수소성 모노머는 에틸렌, 프로필렌, 아크릴산에스테르 등에서 선택된 공중합체가 물에 분산되어 있는 폴리머 디스퍼전을 사용하여 제조된 여과재와 가스상태의 유기물을 발생하지 않는 프레임 및 사일을 사용하여 에어필터를 조립하는 것을 요지로 하고 있으나, 인용발명에도 이온교환섬유로 구성된 필터의 이온교환기 모노머로 아크릴산, 메타크릴산 등이 사용되고 이온교환기를 도입하는 모노머는 스티렌, 메타크릴산 등이 사용되고 친수기의 모노머는 메타크릴산 등과 이온교환기에 사용되는 유기 모노머가 사용되고 중합체로는 폴리올래핀류가 사용되는 기술이 알려져 있고

- 특허청구범위 제5항은 청구항 1항에 기재된 에어필터가 설치된 크린룸에 관한 것이나, 인용발명에도 이온교환섬유로 구성된 필터부와 유리섬유로 구성된 필터부에 의해 크린룸 안의 오염공기를 정화하는 기술이 알려져 있으므로 본원의 청구항 제1항, 제3항 및 제5항의 구성은 이 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 인용발명의 구성으로부터 용이하게 발명할 수 있는 것으로 인정되고 그로인한 효과도 예측가능한 정도로 인정되므로 특허를 받을 수 없습니다.

### [참 부]

첨부1 일본공개특허공보 평06-142439호(1994.05.24) 1부 끝.

출력 일자: 2002/10/23

2002. 10. 22

특허청

심사3국

무기화학 심사담당관실

심사관 박환돈



<<안내>>

문의사항이 있으시면 ☎ 042)481-5558 로 문의하시기 바랍니다.

특허청 직원 모두는 깨끗한 특허행정의 구현을 위하여 최선을 다하고 있습니다. 만일 업무처리과정에서 직원의 부조리행위가 있으면 신고하여 주시기 바랍니다.

▶ 홈페이지([www.kipo.go.kr](http://www.kipo.go.kr))내 부조리신고센터

#### 【0013】

【問題点を解決するための手段】本発明はクリーンルーム内の汚染空気を少なくともイオン交換繊維より構成されたフィルター部およびガラス繊維より構成された高性能フィルター（または超高性能フィルター）に通過させることを特徴としている。

【0014】イオン交換繊維よりなるフィルター部は粗塵フィルター、プレフィルター、または中性能フィルターとして、またはそれらのフィルターの前・後段のフィルターとして設置することができる。

【0015】イオン交換繊維よりなる前段のフィルター部より、クリーンルーム内の空気中の汚染成分であるガスやイオン成分および微粒子の比較的粗い部分が除去され、さらに小さな微粒子は後段の高性能フィルターで除去される。

【0016】なお、2種類の異なるフィルター部は互いに密着していてもよいし、例えば、間にファンなどが設置されている場合などのように離れていてもよい。

【0017】イオン交換繊維よりなるフィルター部の材料の構成には、イオン交換繊維だけを用いてもよく、単繊維、単繊維の集合体である織布や不織布、その他の空隙性材料をそのまま又は加工して用いることができる。また、イオン交換繊維でない繊維、例えば、通常の有機高分子よりなる繊維、ガラス繊維やセラミック繊維などの無機繊維、金属繊維、活性炭素繊維などより選ばれた繊維と混合したり、あるいは別々に積層したものを用いることも可能である。この場合、イオン交換繊維よりなるフィルターを製造する方法として、放射線グラフト重合法によるのが最適である。

【0018】放射線グラフト重合法では単繊維、単繊維の集合体である織布および不織布、それらの加工品または空隙材料などをイオン交換繊維の基材として用いることができるので、既に粒子除去機能を有するフィルター素材にガス・イオン成分の除去機能を導入することができ、本発明には有効である。そればかりでなく、イオン交換繊維の表面は正・負に帯電しているので、静電吸着が期待できるため、より高い微粒子除去性能を付与することができる。

【0019】現在、粗塵フィルターや中性能フィルターなど各種フィルターが併用されるプレフィルターとして、主に粒子除去用に使用されているが、このフィルター素材に放射線グラフト重合によりイオン交換基を導入すれば、圧力損失を変えないで、微粒子と有害ガス・イオンなどの同時除去材料にすることができ、本発明に好適である。

【0020】ところで、イオン交換繊維によるガス成分の安定した除去を達成するには、繊維にイオン交換基と親水基の両者が必要である。これまで、空気中の湿度がガス成分の除去効果に大きく影響を与え、湿度が低いほど、除去率が小さくなるという傾向があった。

【0021】しかし、本発明では親水基の働きにより、繊維が湿り気を帯び、ガス成分の安定した除去を行うことが可能となった。

【0022】この理由は明らかではないが、親水基がガス成分のイオン化およびイオン交換基の解離を促進するためと考えられる。

【0023】親水基の導入も放射線グラフト重合により、容易に行うことができる。

【0024】ここで放射線グラフト重合に用いられる電離性放射線は $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$ 線、電子線、紫外線などがあり、何れも使用可能であるが、 $\gamma$ 線や電子線などが本発明に適している。

【0025】放射線グラフト重合に用いられる有機高分子としては、ポリエチレン、ポリプロピレン等が代表されるポリオレフィン類、PTEE、塩化ビニル等に代表されるハロゲン化ポリオレフィン類、エチレン-テトラフロエチレン共重合体等に代表されるオレフィン-ハロゲン化オレフィン共重合体類に適している。これらを総称してポリオレフィンと呼ぶ。

【0026】基材に放射線を照射する方法としては、基材とモノマーの共存下に放射線を照射する同時に照射法と、予め基材を照射した後、モノマーと接触させる前照射法があるが、モノマーの単独重合物の生成の少ない前照射法の方が有利である。

【0027】基材に導入するイオン交換基としては、カチオン交換基ではスルホン基、カルボキシル基やリン酸基、アニオン交換基では強塩基性の4級アンモニウム基やより低級のアミンを含む弱塩基性などの一般的な酸性・塩基性のイオン交換基が実用的であり、対象とする空気中のガス成分の種類、微粒子の粒径や要求性能などを考慮して適宜選択することができるが、様々な使用状況が考えられるので、カチオン交換繊維とアニオン交換繊維を組み合わせることもできる。

【0028】これらイオン交換基を導入する方法は、イオン交換基を有するモノマーをグラフト重合するか、またはイオン交換基を導入しやすいモノマーをグラフト重合した後、2次反応によりイオン交換基を導入してもよい。

【0029】イオン交換基を有するモノマーには、カチオン交換基を有するモノマーとしてアクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、イタコン酸、ビニルスルホン酸ナトリウム酸、アリールスルホン酸ナトリウム、ステレンスルホン酸ナトリウム、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、含リンアクリル酸エステルなどがあるが、この範囲に限定されない。

【0030】アニオン交換基を有するモノマーとして、アリールアミン、クロロメチルスチレンの4級化物、アクリル酸アミノアルキルエステル類などがあるが、この範囲に限定されない。

【0031】また、イオン交換基を導入できるモノマー

として、スチレン、クロロメチルスチレン、ビニルピリジン、アクリル酸グリシジル、メタクリル酸グリシジル、アクリロニトリル、アクロレインなどがあるが、この範囲に限定されるわけではない。

【0032】親水基を有するモノマーとしてはアクリルアミド、メタクリルアミド、メタクリル酸-2-ヒドロキシエチルなどのノニオン性のものがあるがこの範囲に限定されるわけではない。前述の一般的なイオン交換基を有するモノマーも親水性のモノマーの一種類として使用することができる。

【0033】

【実施例】以下、本発明を実施例に基いて説明する。

【0034】

【実施例1】繊維径30 $\mu$ mのポリプロピレン製繊維不織布よりなる粒子除去用のフィルターに電子線加速器（加速電圧2MeV、電子線電流1 $\mu$ A）を用いて、窒素雰囲気下で200kGを照射した後、メタクリル酸-2-ヒドロキシエチルおよびメタクリル酸グリシジルの濃度がそれぞれ50%の混合溶液に浸漬し、50℃で8時間反応させた結果、163%のグラフト率を得た。次に、この不織布を50%のイミノジエタノール10%水溶液に浸漬し、2時間反応させた結果、イオン交換容量25meq/gの親水基の導入された弱塩基性アニオン交換繊維不織布を得た。この不織布を図1に示す実験装置の内径15mmのガラスカラムに充填し、テドラバッグ内に調整したふっ化水素20ppmを3l/hrの流量で通ガスしたところ、カラム出口のふっ化水素濃度は2ppm以下であった。

【0035】

【実施例2】繊維径約30 $\mu$ mのポリエチレンおよびポリプロピレンよりなる複合繊維不織布に $\gamma$ 線を窒素雰囲気下で200kGを照射した後、アクリル酸30%および親水基含有モノマーとしてスチレンスルホン酸ナトリウム20%を含有した水溶液に浸漬し、45℃で8時間反応させ、イオン交換容量40meq/gのカチオン交換繊維不織布を得た。

【0036】この繊維05gを図1に示す実験装置の内径15mmのガラスカラムに充填し、テドラバッグ内に調整したアンモニア75ppmを3l/hrの流量で通ガスしたところ、カラム出口のアンモニア濃度は5ppm以下であった。

【0037】

【実施例3】実施例1、2の不織布をプレフィルターとして、HEPAフィルターの前段に設置し、室内の空気を風速3m/sで濾過したところ、0.1 $\sim$ 0.2 $\mu$ mの粒子の通過率はプレフィルター出口で49%、HEPAフィルターの出口で0.05%であった。このフィルターは実施例1、2より微粒子のみならず有害ガスを除去できることは明らかである。

【0038】

【比較例】実施例1、2で使用したグラフト重合前の不織布をグラフト重合した不織布の代わりにHEPAフィルターの前段に設置した。実施例3と同様の条件で室内の空気を濾過したところ、0.1 $\sim$ 0.2 $\mu$ mの粒子の通過率はプレフィルター出口で23%、HEPAフィルターの出口で0.05%であり、本発明の効果は明らかである。

【0039】

【実施例4】繊維径約10 $\mu$ mのポリプロピレン製単繊維に $\gamma$ 線を200kG照射した後、一部をメタクリル酸-2-ヒドロキシエチルとアルカリ酸の混合溶液と接触させ133%のグラフト率、イオン交換容量40meq/gの弱塩基性カチオン交換繊維を得た。残りをメタクリル酸-2-ヒドロキシエチルとメタクリル酸グリシジルとの混合溶液に接触させ、153%のグラフト率を得た。次にこの繊維をイミノジエタノール水溶液に浸漬し、イオン交換容量24meq/gの弱塩基性アニオン交換繊維を得た。

【0040】以上のイオン交換繊維と繊維径約10 $\mu$ mのガラス繊維を同一重量ずつ配合し、湿式抄紙法により両繊維の配合したプレフィルターを製造した。

【0041】このプレフィルターをHEPAフィルターの前段に設置し、室内の空気を風速3m/sで濾過したところ、0.1 $\sim$ 0.2 $\mu$ mの粒子の通過率はプレフィルター出口で39%、HEPAフィルターの出口で0.04%であり、実施例3とはほぼ同等であった。

【0042】また、このプレフィルターの一部を図1に示す実験装置に内径15mmのガラスカラムに充填し、テドラバッグ内に調整したふっ化水素30ppmを3l/hrの流量で通ガスしたところ、カラム出口のふっ化水素濃度は2ppm以下であった。以上の実施例より、イオン交換繊維を含むプレフィルターとガラス繊維のHEPAやULPAフィルターとの併用により、クリーンルーム内の空気中に極微量含まれる粒子やガス・イオンなど汚染物を浄化できることは明らかである。

【0043】

【発明の効果】本発明のクリーンルーム内の空気の浄化方法により、半導体工業・精密機械工業・写真工業などにおける産業用クリーンルーム、医薬品製造業・食品産業・病院などのバイオフィジカルクリーンルームなどにおいて、高度な浄化が可能となった。しかも、既存の空気浄化装置のフィルター素材の構成を変更するだけで性能の向上を図ることができ、大掛かりな装置の設置は不要である。

【0044】これにより、半導体産業等における製品の品質や歩留まりが向上し、病院や医薬品製造業においても安全衛生面での信頼性が向上するので、社会的利益に資すること極めて大である。

【図面の簡単な説明】

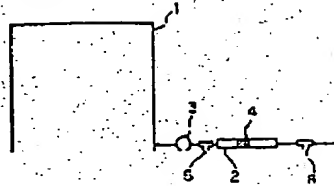
【図1】図1は本発明の微量有害ガスの除去性能試験装置を示す図である。

【符号の説明】

1：テドラバック、 2：ガラスカラム、

3：ポンプ、4：イオン交換繊維、 5、6：サンプリングロ。

【図1】



フロントページの続き

発明者 関口 英明

東京都大田区羽田旭町1番1号 株式会社  
在原製作所内

発明者 高井 雄

東京都大田区羽田旭町1番1号 株式会社  
在原製作所内

発明者 小林 厚史

東京都大田区羽田旭町1番1号 株式会社  
在原製作所内